

Homepage: <http://jusami.batan.go.id>

Jurnal Sains Materi Indonesia

Akreditasi LIPI No.: 395/D/2012
Tanggal 24 April 2012
ISSN: 1411-1098

PENGARUH JENIS PADUAN MIKRO Fe-Cr HASIL METODE ULTRASONIK PADA PEMBENTUKAN BONGKAH PADUAN Fe-Cr MELALUI SINTERING DUA TAHAP

Marzuki Silalahi^{1,2}, Pudji Untoro², Bambang Suharno¹ dan Sri Harjanto¹

¹Departemen Teknik Metalurgi dan Material, Fakultas Teknik, Universitas Indonesia
Kampus Baru UI Depok, 16424, Indonesia

²Pusat Sains dan Teknologi Bahan Maju, Badan Tenaga Nuklir Nasional
Kawasan Puspiptek, Serpong 15314, Tangerang Selatan
e-mail: silalahimarzuki@gmail.com

Diterima: 25 Juni 2013

Diperbaiki: 7 Oktober 2013

Disetujui: 3 Pebruari 2014

ABSTRAK

PENGARUH JENIS PADUAN MIKRO Fe-Cr HASIL METODE ULTRASONIK PADA PEMBENTUKAN BONGKAH PADUAN Fe-Cr MELALUI SINTERING DUA TAHAP. Fe-Cr adalah paduan yang memiliki ketahanan pada suhu tinggi dan potensial digunakan sebagai interkoneksi pada sel bakar *Solid Oxide Fuel Cell (SOFC)*. Pada penelitian ini telah dilakukan sintesis bongkah paduan Fe-Cr dengan menggunakan serbuk paduan mikro Fe-Cr hasil sintesis dengan metode ultrasonik. Metode ultrasonik dimanfaatkan untuk sintesis paduan mikro Fe-Cr melalui penggunaan gelombang suara ultrasonik. Langkah yang dilakukan adalah konsolidasi partikel paduan mikro Fe-Cr melalui kompaksi tanpa pelumasan, kemudian dalam kapsul kaca kuarsa dilakukan proses *sintering* sampai 1000 °C selama 1 jam, lalu dilanjutkan *sintering* hingga 1300 °C selama 2 jam, lalu didinginkan dalam tungku. Karakterisasi strukturmikro dilakukan dengan *Scanning Electron Microscopy (SEM)*, *Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy (SEM-EDS)*, *X-Ray Diffraction (XRD)* disertai analisis dengan metode *Rietveld* dan pengukuran densitas sesungguhnya. Partikel paduan mikro Fe-Cr seutuhnya lebih stabil dan konsisten dalam pembentukan fasa bongkah paduan Fe-Cr melalui *sintering* bertahap. Diperoleh bongkah paduan Fe-Cr homogen tanpa oksida.

Kata kunci: Paduan mikro Fe-Cr, Ultrasonik, Kapsul Kuarsa, *Sintering*, Densitas

ABSTRACT

THE EFFECTS OF Fe-Cr MICROALLOYS PARTICLES TYPES ULTRASONICALLY TREATED ON SYNTHESIS OF Fe-Cr ALLOY THROUGH TWO-STAGE SINTERING. Fe-Cr alloys have the potential as an interconnect material for solid oxide fuel cell (SOFC) due to resistant in high temperature. In this work the formation of bulk of Fe-Cr alloy has been done by suppressing without lubricant of the Fe-Cr microalloy treated ultrasonically, followed by sintering process in a quartz glass capsule. Ultrasonic method can be used for synthesis of homogeneous microalloys through the use of ultrasonic sound waves. The sintering process is done through two stages that is sintering up to 1000 °C, lasting 1 hour, followed sintered to 1300 °C, hold for two hours, then cooled in the furnace. Microstructure observations of green of Fe-Cr were made by Scanning Electron Microscopy (SEM), Energy Dispersive X-ray Spectroscopy (SEM-EDS), XRD accompanied analysis by the Rietveld method and the true density measurement. The bulk of Fe-Cr alloy could be produced through compaction without lubricant of Fe-Cr microalloy powders particles followed by sintering in quartz glass capsule. The bulk of Fe-Cr alloy with powders of fully Fe-Cr microalloy treated ultrasonically is more homogeneous in composition and more stable in phase. The synthesis of Fe-Cr alloys with homogenous and free of oxides could be obtained through ultrasonic method.

Keywords: Fe-Cr microalloy, Ultrasonic, Quartz Capsule, Sintering, Density

PENDAHULUAN

Fe-Cr adalah paduan yang memiliki ketahanan pada suhu tinggi dan potensial digunakan sebagai interkoneksi pada sel bakar *Solid Oxide Fuel Cell (SOFC)* [1]. Sintesis paduan Fe-Cr terus dikembangkan untuk mendapatkan metode yang murah, efektif, dan efisien. Metode sintesis paduan Fe-Cr yang ada sekarang ini adalah metode peleburan [2], metalurgi serbuk [3] ataupun metode pemaduan mekanik [4]. Metode-metode tersebut memiliki kelemahan karena paduan yang tidak homogen, terdapat oksida, proses panjang dan lama [5]. Serbuk paduan-awal yang homogen diperlukan untuk mengurangi oksidasi selama proses konsolidasi [6].

Sintesis paduan mikro Fe-Cr yang homogen bisa dilakukan dengan menggunakan metode ultrasonik. Metode ini memanfaatkan gelombang suara ultrasonik yang dilewatkan pada larutan yaitu melalui proses pembentukan gelembung-gelembung kavitasi dalam larutan, kemudian gelembung kavitasi yang runtuh bisa dianggap sebagai reaktor mikro [7]. Runtuhan kavitasi ini bisa menghasilkan suhu ribuan derajat dan tekanan lebih dari seribu bar yang pembentukannya sangat cepat. Disamping itu runtuh kavitasi juga menghasilkan gelombang kejut [8,9]. Gelombang kejut bisa menghasilkan efek mekanis dengan energi besar, sehingga bisa dimanfaatkan untuk homogenisasi dan proses pemaduan logam [10].

Dengan terbentuknya serbuk paduan mikro Fe-Cr yang homogen akan memberikan kestabilan dalam pembentukan fasa paduan bongkah Fe-Cr yang juga homogen. Disamping itu pemaduan mikro Fe-Cr dengan gelombang suara ultrasonik dalam larutan toluen menciptakan tingkat oksidasi lebih rendah dibandingkan dengan jalur konvensional menggunakan air sebagai media pemrosesan [11]. Paduan mikro Fe-Cr telah berhasil diperoleh dengan metode ultrasonik [12]. Partikel paduan mikro Fe-Cr memiliki ikatan kuat (merupakan ikatan logam) sehingga pada saat proses *sintering* partikel Fe dan Cr yang ada disekitarnya cenderung lebih mudah berdifusi ke partikel paduan mikro Fe-Cr. Partikel serbuk paduan mikro Fe-Cr adalah homogen, dengan demikian pembentukan bongkah paduan Fe-Cr akan homogen dengan fasa stabil. Penelitian ini difokuskan pada konsolidasi paduan mikro Fe-Cr hasil perlakuan ultrasonik. Konsolidasi dilakukan dengan kompaksi serbuk partikel paduan mikro Fe-Cr tanpa menambah lubrikan, kemudian dilakukan proses *sintering* dalam kapsul kaca kuarsa.

METODE PERCOBAAN

Bahan dan Alat

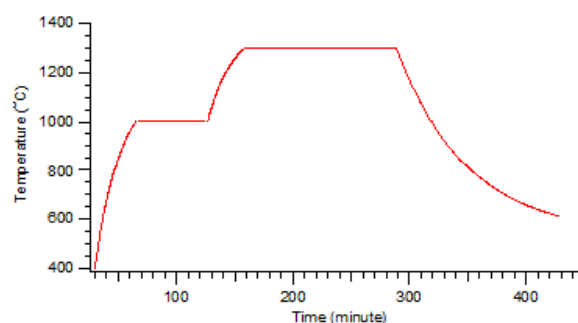
Serbuk partikel paduan mikro Fe-Cr [12] yang digunakan pada penelitian ini adalah serbuk paduan

mikro Fe-Cr tipe B dan Tipe A hasil perlakuan ultrasonik dalam larutan toluen, dan tipe O yaitu hasil pencampuran serbuk dalam mortar. Serbuk prekursor (Fe,Cr) yang digunakan adalah produk Aldrich dengan kemurnian 99,9 persen massa, dengan perbandingan Fe:Cr yaitu 80:20 persen massa.

Peralatan yang digunakan adalah alat kompaksi, *hydraulic press*, untuk mendapatkan pelet *green* Fe-Cr. Pengukur densitas yang digunakan adalah Ultrapyc 1200e, *quantacrome*, untuk menentukan densitas sesungguhnya (*true density*) dari *green* Fe-Cr dan bongkah paduan Fe-Cr hasil *sintering*. XRD (Simadzu XD-610, target Cu-K α) digunakan untuk mendapatkan pola difraksi dan 2 θ puncak difraksi paduan Fe-Cr. SEM-EDS (JEOL, JSM 6510, LA) digunakan untuk mempelajari struktur mikro *green* Fe-Cr dan komposisi unsur bongkah paduan Fe-Cr.

Cara Kerja

Rancangan penelitian didahului dengan pengkompaksian terhadap serbuk (tipe B ultrasonik 20 jam, tipe A ultrasonik 50 jam dan tipe O) [12] tanpa menggunakan lubrikan. *Green* Fe-Cr diperoleh melalui kompaksi uniaksial pada tekanan 226,3 MPa. Terhadap *green* Fe-Cr dilakukan karakterisasi untuk mendapatkan densitas sesungguhnya (*true density*) dengan ASTM D 4892-89, menggunakan teknik penetrasi gas Helium, kemudian pengamatan strukturmikro dengan SEM [13]. Langkah selanjutnya adalah proses *sintering* [14] terhadap *green* Fe-Cr dalam kapsul yang terbuat dari kaca kuarsa menggunakan tungku induksi. Proses *sintering* dilakukan dua tahap (seperti pada Gambar 1) yaitu proses pembakaran tahap pertama sampai 1000 °C ditahan selama 1 jam, lalu dilanjutkan ke suhu 1300 °C, ditahan selama 2 jam, kemudian didinginkan dalam tungku. Untuk pengamatan struktur mikro, dilakukan proses poles dengan kertas amplas SiC lalu dengan pasta alumina (0,05 μ m), lalu *etsa* dengan Nital 3%. Karakteristik hasil *sintering* diamati dengan SEM-EDS [13], XRD [15,16] berikut analisis penghalusan fasa menggunakan *software Rietan* [17,18] dan penentuan densitas dengan ASTM D 4892-89.



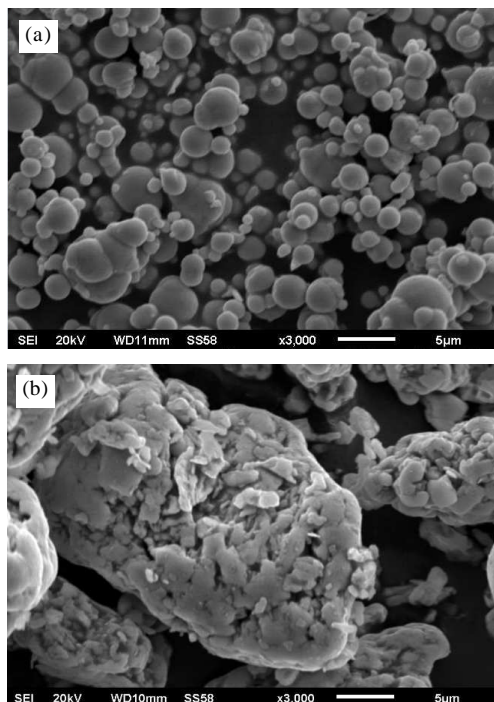
Gambar 1. Pola pemanasan pada *sintering* sampel *green* dua tahap

HASIL DAN PEMBAHASAN

Konsolidasi Partikel Paduan Mikro Fe-Cr Hasil Perlakuan Ultrasonik Pada Kompaksi

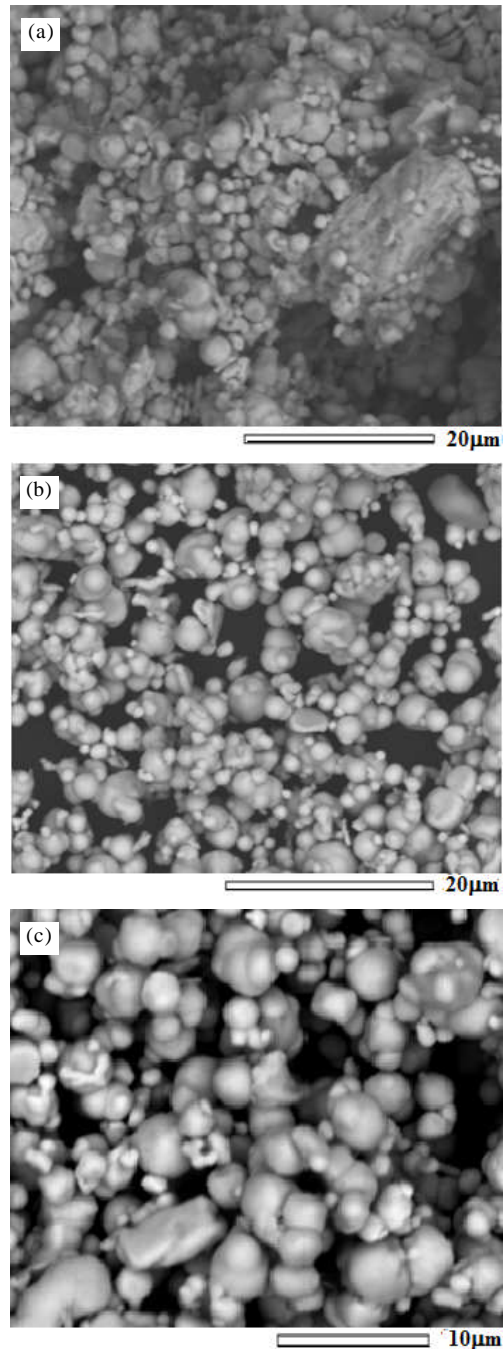
Serbuk Fe-Cr Tipe O, Tipe B, dan Tipe A merupakan serbuk hasil penelitian sebelumnya [12]. Fe-Cr Tipe O diperoleh dengan mencampur prekursor Fe dan Cr dalam mortar. Serbuk Fe-Cr Tipe B mengandung paduan mikro Fe-Cr seutuhnya yang diperoleh dengan perlakuan ultrasonik dalam larutan toluen dimana masing-masing serbuk prekursor Fe diultrasonik selama 40 jam dan Cr selama 63 jam, kemudian campuran keduanya diultrasonik selama 20 jam. Sementara serbuk Fe-Cr Tipe A mengandung partikel paduan mikro Fe-Cr sebagian yang diperoleh dengan perlakuan ultrasonik terhadap campuran dari prekursor Fe dan Cr selama 50 jam. Untuk semua tipe prekursor perbandingan persen massa Fe:Cr sebesar 80 : 20. Pada serbuk Fe-Cr Tipe B terdapat partikel paduan mikro Fe-Cr seutuhnya, sementara pada Tipe A terdapat partikel paduan mikro Fe-Cr sebagian.

Struktur mikro serbuk prekursor Fe dan Cr ditunjukkan pada Gambar 2. Struktur mikro Fe-Cr Tipe O, Tipe B, dan Tipe A tertera pada Gambar 3. Sementara struktur mikro *green* Fe-Cr hasil kompaksi serbuk, tertera pada Gambar 4.



Gambar 2. Struktur mikro serbuk prekursor Fe dan Cr

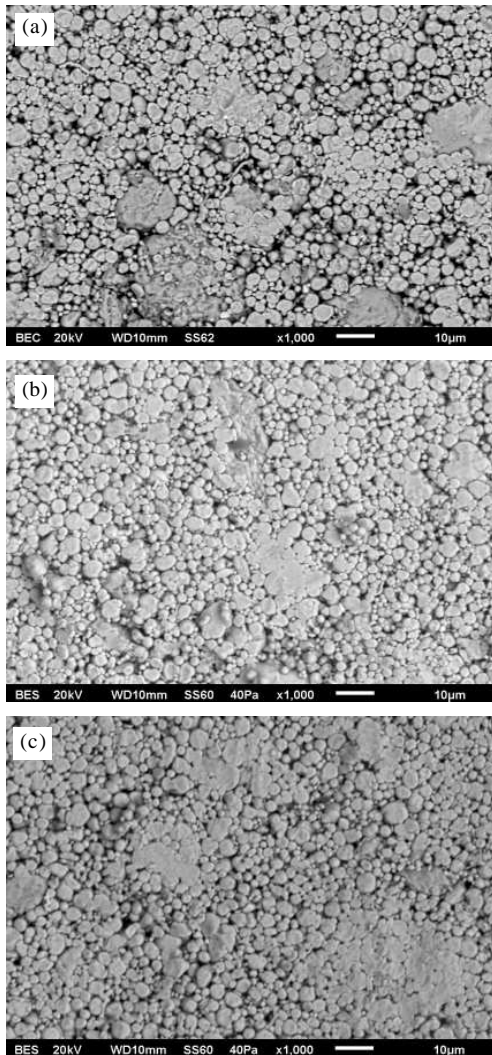
Dari Gambar 2(a) terlihat bahwa partikel Fe berbentuk bulat dan bergandengan, sementara pada Gambar 2(b) terlihat bahwa partikel Cr merupakan aglomerasi partikel-partikel Cr kecil. Pada Gambar 3(a) sampai dengan 3(c) terlihat bahwa serbuk partikel Fe-Cr



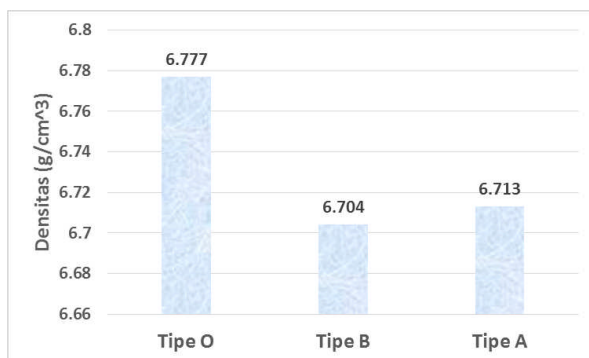
Gambar 3. Struktur mikro serbuk (a). Fe-Cr (b). Tipe O, (c). Tipe B, dan (d). Tipe A.

baik Tipe O, B maupun tipe A memperlihatkan serbuk partikel yang saling terpisah. Pada tipe O terdiri dari partikel kecil dan partikel besar, sementara pada tipe B maupun A didominasi partikel kecil yang hampir homogen baik bentuk maupun ukuran.

Dari struktur mikro *green* Fe-Cr Gambar 4 terlihat bahwa telah terjadi penyatuan antar permukaan partikel. Efek kompaksi pada konsolidasi serbuk Fe-Cr memberikan nilai densitas seperti ditampilkan pada Gambar 5. Terlihat bahwa densitas *green* Fe-Cr tipe O lebih besar dibandingkan dengan tipe B maupun tipe A. Sebagaimana terlihat pada Gambar 3(a), bahwa partikel



Gambar 4. Strukturmikro permukaan green Fe-Cr hasil kompaksi pada penelitian ini yaitu (a) Tipe O, (b) Tipe B, dan (c) Tipe A.



Gambar 5. Densitas Green Fe-Cr

green tipe O terdiri dari partikel kecil dan partikel besar (aglomerasi Cr).

Partikel aglomerasi Cr tampak lebih kompak dibanding hasil kompaksi yang hanya berupa partikel-partikel kecil. Partikel kecil dan besar saling mengisi, sehingga densitas tipe O lebih besar. Pada tipe B dan

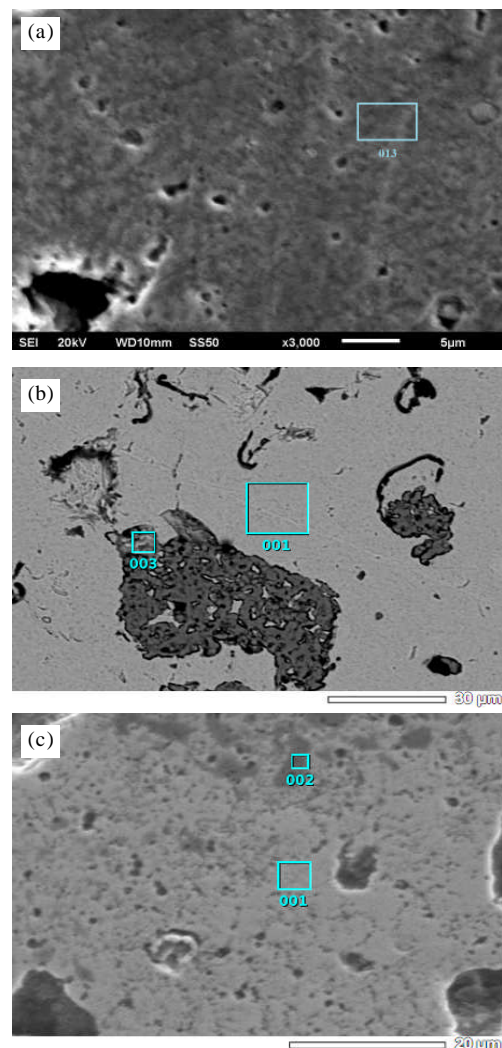
tipe A terdapat partikel Fe dan Cr berukuran kecil dimana partikel kecil Cr ini adalah hasil pecahan partikel besar Cr. Ukuran dan bentuknya lebih homogen, sehingga densitas Tipe B dan A lebih rendah dari tipe O. Densitas Tipe A sedikit lebih besar dibanding dengan Tipe B.

Konsolidasi Partikel Paduan Mikro Fe-Cr Pada Sintering Dua Tahap

Strukturmikro Paduan Fe-Cr Hasil Sintering Dua Tahap

Strukturmikro dan komposisi unsur bongkah Fe-Cr hasil *sintering* dua tahap tertera pada Gambar 6, dan hasil analisis komposisi unsur dengan *EDS* tertera pada Tabel 1.

Pada Gambar 6 (a) terlihat bahwa pada bongkah paduan Fe-Cr tipe B memiliki partikel yang menyatu dan homogen, batas butir tidak begitu jelas namun terlihat pori seperti membentuk batas butir. Terdapat banyak pori berukuran besar dan kecil pada permukaan sampel. Dari



Gambar 6. Strukturmikro bongkah Fe-Cr hasil *sintering* dua tahap (a) tipe O, (b) tipe B, dan (c) tipe A

Gambar 6 (b) terlihat bahwa bongkah paduan Fe-Cr tipe B memiliki strukturmikro dengan permukaan matriks yang mulus dan homogen yang menunjukkan bahwa partikel menyatu dengan baik. Terdapat pori pada permukaan dan pada sebagian permukaan terdapat bagian yang belum larut dengan sempurna. Sementara pada Gambar 6(c) terlihat bahwa partikel Fe-Cr tipe A menyatu dengan baik dan homogen, tidak memiliki batas butir yang jelas dan terdapat banyak pori berukuran besar dan kecil pada permukaan.

Pada Tabel 1 terlihat bahwa matriks bongkah paduan Fe-Cr tipe B memiliki komposisi paling mendekati dengan komposisi unsur awal paduan, sementara pada bagian yang belum larut semuanya (posisi 003) terdiri atas kandungan Cr tinggi. Dari pola strukturmikro Gambar 6 terlihat bahwa bongkah paduan Fe-Cr tipe O, tipe B, dan tipe A memiliki strukturmikro dengan butir yang besar yang ditunjukkan oleh tidak adanya batas yang jelas antar butir. Terlihat juga bahwa permukaan bongkah paduan Fe-Cr tipe B lebih mulus dibandingkan dengan tipe A maupun tipe O.

Tabel 1. Komposisi unsur pada daerah tertentu dari bongkah paduan Fe-Cr tipe O, tipe B, dan tipe A hasil disinter dua tahap

Posisi	Fe (% massa)	Cr (% massa)
(a)	013	84,01
(b)	001	80,93
	003	58,83
(c)	001	82,45
	002	82,39

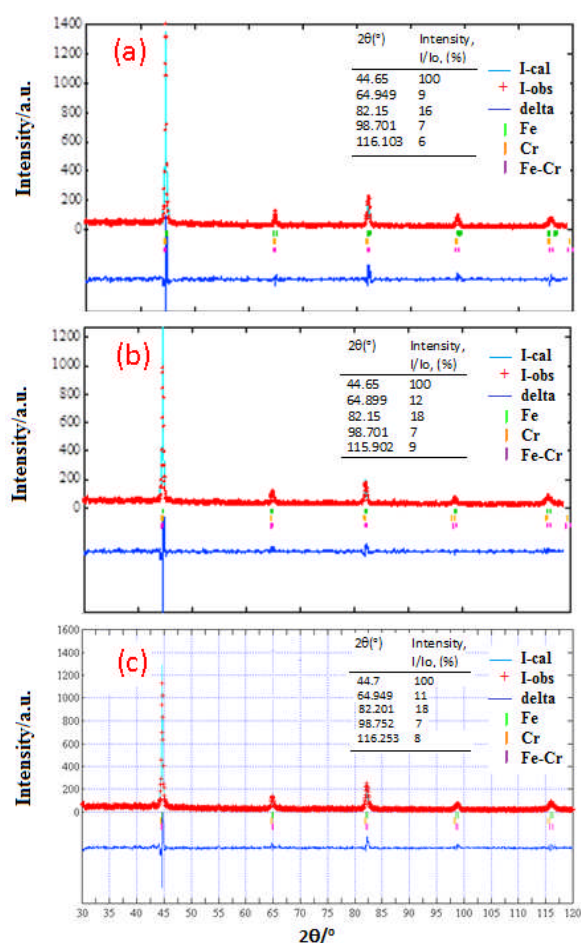
Pada proses *sintering*, penahanan suhu pada 1000 °C tahap pertama, memberikan waktu untuk penyatuan partikel yang saling berdekatan sebagai inti awal paduan. Penyatuan pada tahap ini diyakini hanya penyatuan antar permukaan membentuk leher antar partikel atau difusi permukaan seperti yang dinyatakan oleh peneliti sebelumnya [19]. Pada tahap ini partikel Fe ataupun Cr yang ada di sekitar paduan mikro Fe-Cr berdifusi permukaan ke partikel paduan mikro Fe-Cr (paduan mikro memiliki ikatan kuat yaitu ikatan logam) sehingga melengkapi komposisi paduan mikro yang sudah ada. Pada suhu lebih tinggi (1300 °C) partikel-partikel inti-inti awal menyatu membentuk partikel paduan yang lebih besar, terjadi difusi batas butir atau difusi kekisi [19] melepas material dari batas butir menuju ke pengerutan atau pemadatan. Pemadatan pada permukaan bongkah paduan Fe-Cr tipe O dan tipe B menyisakan banyak pori kecil ataupun besar pada permukaan bongkah.

Dengan *sintering* dua tahap, partikel bongkah paduan Fe-Cr menyatu dengan baik. Pembentukan komposisi matriks bongkah paduan Fe-Cr tipe B melalui proses *sintering* dua tahap lebih mendekati ke komposisi awal sebelum *sintering*. Dengan kata lain, bongkah paduan Fe-Cr yang terbentuk melalui proses *sintering* dua tahap akan memiliki komposisi lebih mendekati dengan komposisi awal yang diharapkan, dan juga

penyatuan lebih baik apabila menggunakan serbuk partikel paduan mikro Fe-Cr seutuhnya.

Analisis Fasa Paduan Fe-Cr Hasil Sintering Dua Tahap

Pola difraksi Fe-Cr hasil *sintering* dua tahap disertai dengan posisi sudut 2θ untuk beberapa puncak dan pola hasil penghalusan menggunakan metode *Rietveld* tertera pada Gambar 7. Hasil analisis kuantitatif pola difraksi Fe-Cr yang disinter dua tahap dalam kapsul dan yang bersesuaian dengan Gambar 7 ditampilkan pada Tabel 2, disertai juga hasil kuantitatif untuk bahan serbuk pembentuknya yang digunakan pada penelitian ini [12].



Gambar 7. Pola difraksi bongkah paduan Fe-Cr hasil *sintering* dua tahap dalam kapsul kuarsa disertai posisi sudut 2θ dan pola hasil penghalusan menggunakan metode *Rietveld* untuk (a) tipe O, (b) tipe B, dan (c) tipe A

Pola difraksi yang tertera pada Gambar 7 menunjukkan bahwa pola difraksi bongkah Fe-Cr tipe O, B dan A memiliki pola dengan puncak-puncak tunggal seperti yang ditunjukkan oleh posisi sudut 2θ masing-masing puncak.

Pada Tabel 2 terlihat bahwa setelah *sintering* dua tahap dalam kapsul menggunakan tungku induksi terjadi

Tabel 2. Fraksi komposisi massa dalam bongkah paduan Fe-Cr tipe O, B, dan A sintering 2 tahap, termasuk dalam serbuk green Fe-Cr [12]

Jenis Fe-Cr		Fraksi Fe	Fraksi Cr	Fraksi Fe-Cr	S = R_{wp}/R_{exp}
Tipe A	Serbuk	0,8359	0,0294	0,1347	2,0233
	Sinter 2 tahap	0,6544	0,1009	0,2447	1,3792
Tipe B	Serbuk	0,7359	0,0808	0,1834	1,9143
	Sinter 2 tahap	0,6778	0,0896	0,2326	1,3088
Tipe O	Serbuk	0,6222	0,3778	-	1,8683
	Sinter 2 tahap	0,6182	0,0723	0,3095	1,3834

perubahan komposisi massa fasa yang terkandung dalam sampel bongkah Fe-Cr, baik tipe O, B, maupun A. Komposisi fraksi massa fasa Fe-Cr terbesar terdapat pada tipe O, sementara pada tipe B lebih sedikit dibandingkan dengan tipe A. Untuk *sintering* dua tahap, pada penahanan suhu pertama (1000 °C selama 1 jam) partikel-partikel yang berdekatan terikat dan menjadi inti awal untuk pengikatan selanjutnya pada tahap kedua. Pada tahap ini inti awal pembentuk Fe-Cr lebih banyak pada tipe O, oleh karena pada Tipe B maupun A sebagian partikel sudah menjadi paduan mikro Fe-Cr seperti sudah dijelaskan pada alinea awal bagian hasil dan pembahasan ini [12].

Dengan demikian pada saat *sintering* tahap kedua fraksi massa fasa Fe-Cr lebih banyak yang terbentuk pada Tipe O. Dilain pihak pada tipe B dan A pembentukan inti lebih sedikit pada penahanan suhu tahap pertama karena sebagian inti pada awalnya sudah berupa paduan mikro dengan demikian pada tahap selanjutnya fraksi massa fasa Fe-Cr yang terbentuk lebih sedikit.

Nilai parameter kisi dari prekursor (Fe,Cr) yang bersesuaian dengan JCPDS [15], prekursor (Fe,Cr) yang digunakan pada penelitian ini (hasil pengamatan menggunakan *XRD*) dan paduan Fe-Cr setelah *sintering* menurut hukum Vegard [16] tertera seperti pada Tabel 3.

Tabel 3. Nilai parameter kisi a dari prekursor Fe dan Cr pada penelitian ini

Prekursor Fe		Prekursor Cr		Fe-Cr hasil sinter
a_{JCPDS} (PDF #060696), (Å)	a_{XRD} (Å)	a_{JCPDS} (PDF #060694), (Å)	a_{XRD} (Å)	a menurut hukum Vegard, (Å)
2,866	2,867	2,883	2,889	2,871

Sementara nilai parameter kisi hasil analisis penghalusan dengan metode *Rietveld* yang dilakukan terhadap bongkah paduan Fe-Cr tipe O, B dan A, dan juga parameter kisi hasil perhitungan terhadap 20 dari pola difraksi (Gambar 7) tertera pada Tabel 4. Dari Tabel 4 terlihat bahwa parameter kisi Fe-Cr tipe O, B, dan A hampir sama. Jika dibandingkan dengan nilai parameter kisi yang tertera pada Tabel 3 terlihat bahwa nilai parameter kisi ketiga jenis paduan Fe-Cr ini berada

Tabel 4. Nilai parameter kisi pada penghalusan menggunakan metode *Rietveld* untuk bongkah paduan Fe-Cr tipe A, B, dan O

Fe-Cr sinter 2 tahap	a Fe (Å)	a Cr (Å)	a Fe-Cr (Å)	a_{XRD} (Å)
Tipe A	2,8739	2,8830	2,8758	2,8675
Tipe B	2,8751	2,8825	2,8757	2,8701
Tipe O	2,8613	2,8814	2,8757	2,8691

diantara nilai parameter kisi dari Fe dan Cr. Ini menunjukkan bahwa sampel Fe-Cr merupakan fasa Fe-Cr sesuai dengan hukum *Vegard*. Demikian juga jika dikaitkan dengan nilai parameter kisi Fe-Cr hasil perhitungan menurut hukum *Vegard* (pada Tabel 3) bahwa hasilnya mendekati.

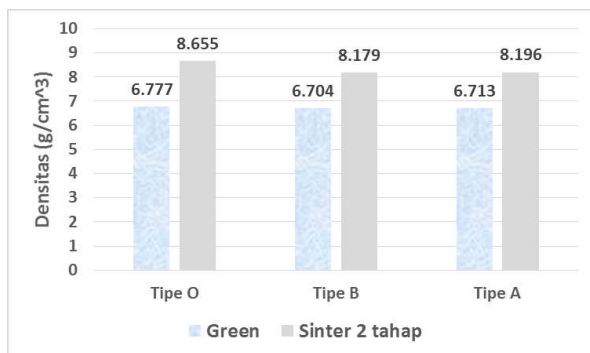
Hasil parameter kisi ini menunjukkan bahwa dengan *sintering* dua tahap sampai suhu 1300 °C terhadap campuran serbuk (Fe, Cr, dan paduan mikro Fe-Cr) maka terbentuk bongkah paduan fasa Fe-Cr. Hasil ini juga menunjukkan bahwa fasa paduan Fe-Cr yang berasal dari serbuk paduan mikro Fe-Cr seutuhnya (tipe B, hasil perlakuan ultrasonik) lebih konsisten dibandingkan dari serbuk campuran Fe dan Cr (tipe O) maupun dari serbuk paduan mikro Fe-Cr sebagian (tipe A, hasil perlakuan ultrasonik).

Hasil-hasil tersebut semakin mempertegas bahwa komposisi bongkah paduan Fe-Cr adalah lebih homogen menggunakan serbuk paduan mikro Fe-Cr hasil perlakuan ultrasonik, dan juga fasa bongkah paduan Fe-Cr lebih stabil diperoleh dengan serbuk paduan mikro Fe-Cr hasil metode ultrasonik. Proses *sintering* pada penelitian ini menghasilkan paduan larutan padat Fe-Cr sesuai dengan teori Hume-Rothery rules [20]. Pada penelitian lain, paduan berbasis Fe juga telah berhasil dibuat dari serbuk besi sponge, serbuk Nikel, dan serbuk grafit yang dikompaksi bersama dengan lubrikan *zinc stearate* melalui *sintering* konvensional dan *microwave* dengan suhu 1120 °C selama 30 menit [21].

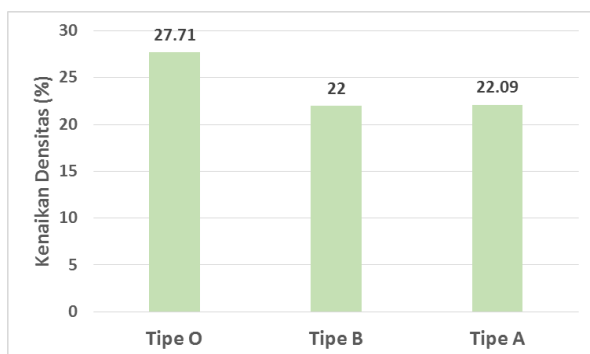
Densitas Bongkah Paduan Fe-Cr Hasil Sintering Dua Tahap

Efek *sintering* terhadap konsolidasi *green* Fe-Cr memberikan nilai densitas seperti ditampilkan pada Gambar 8, dan kenaikan densitas seperti pada Gambar 9. Dari Gambar 8 dan Gambar 9 terlihat bahwa telah terjadi kenaikan densitas dari semua jenis *green* Fe-Cr setelah *sintering* dua tahap. Kenaikan densitas terbesar terjadi pada Fe-Cr tipe O.

Dari Gambar 4 dan Gambar 6 terlihat bahwa strukturmikro *green* berbeda dengan strukturmikro hasil *sintering* dua tahap. Sebagaimana telah dijelaskan pada bagian pembahasan strukturmikro, seperti pada Gambar 3, bahwa *green* Fe-Cr tipe O terdiri dari partikel kecil (Fe,Cr) dan partikel besar (aglomerasi Cr) sehingga pada saat kompaksi partikel kecil dan besar saling mengisi sehingga pada saat *sintering* penyatuan antar partikel akan lebih baik atau lebih rapat. Pada *sintering* sampai



Gambar 8. Densitas green dan hasil sintering dari Fe-Cr



Gambar 9. Kenaikan densitas green Fe-Cr tipe O, B, dan A setelah sintering

1000 °C, terjadi pembentukan leher antar partikel atau penggabungan permukaan partikel, sementara pada suhu tinggi (1300 °C) terjadi difusi batas butir atau ke kisi dan terjadi pemadatan [20].

Dengan kondisi awal seperti *green* dimana partikel saling mengisi maka densitas Fe-Cr tipe O lebih besar dibanding Tipe B maupun Tipe A. Dilain pihak, partikel *green* Tipe B merupakan partikel-partikel kecil yang memiliki ukuran hampir sama sehingga tidak terjadi partikel yang saling mengisi. Dengan demikian densitas yang diperoleh lebih rendah.

Pada sisi lain partikel *green* tipe A sedikit memiliki partikel sedang [12] sehingga masih dimungkinkan terjadi partikel saling mengisi, dengan demikian densitas tipe A lebih besar dibanding dengan Tipe B. Densitas bongkahan (Gambar 8) hasil *sintering* untuk semua tipe Fe-Cr meningkat dari densitas *green* Fe-Cr (Gambar 5). Peningkatan ini terjadi karena pada proses *sintering* terjadi difusi antar partikel baik difusi permukaan dan difusi batas butir atau kekisi.

Dari Gambar 5 diperoleh bahwa densitas *green* tipe O lebih besar dibanding densitas tipe B maupun tipe A. Hal ini dikarenakan partikel pembentuk *green* tipe O (kecil dan besar) saling mengisi, sehingga pada saat *sintering* proses densifikasi lebih baik dibandingkan tipe B dan tipe A. Peningkatan densitas hasil *sintering* (Gambar 9) terbesar terjadi pada Fe-Cr tipe O diikuti pada Fe-Cr tipe A dan tipe B.

KESIMPULAN

Bongkah paduan Fe-Cr bisa diperoleh melalui kompaksi tanpa lubrikan terhadap serbuk paduan mikro Fe-Cr hasil perlakuan ultrasonik, dan diikuti *sintering* bertahap dalam kapsul kaca kuarsa dengan menggunakan tungku induksi. Fasa paduan Fe-Cr yang diperoleh melalui *sintering* dua tahap adalah lebih stabil dan konsisten dengan partikel awal paduan mikro Fe-Cr seutuhnya dibandingkan dengan partikel awal paduan mikro Fe-Cr sebagian. Bongkah paduan Fe-Cr yang diperoleh merupakan larutan padat. Proses *sintering* dua tahap melalui suhu 1000 °C sampai suhu 1300 °C terhadap partikel serbuk Fe-Cr yang berbeda ukuran akan memberikan densitas bongkah paduan Fe-Cr lebih besar dibandingkan dengan ukuran partikel yang hampir sama. Bongkah paduan Fe-Cr yang diperoleh merupakan paduan Fe-Cr homogen dan tanpa oksida. Dengan demikian pembuatan bongkah paduan Fe-Cr homogen dan tanpa oksida dapat dilakukan melalui metode ultrasonik dan bisa mengatasi permasalahan yang ditemui pada merode yang ada saat ini.

UCAPAN TERIMAKASIH

Penulis mengucapkan terimakasih kepada Badan Tenaga Nuklir Nasional (BATAN) untuk dukungan dana dan Kepala Pusat Teknologi Bahan Industri Nuklir (PTBIN)-BATAN untuk izin penggunaan fasilitas laboratorium. Kami juga sangat berterimakasih kepada Bapak Parikin untuk bantuan analisis *XRD*, Bapak Bambang Sugeng untuk Diskusi dan Karakterisasi *XRD*, Bapak Arbi Dimiyati untuk bantuan analisis SEM, Bapak Rohmad Salam, Bapak Agus Sujatno untuk bantuan preparasi sampel.

DAFTAR ACUAN

- [1] I. Antepara, I. Villarreal, L.M. Rodríguez-Martínez, N. Lecanda, U. Castro, and A. Laresgoiti, "Evaluation of ferritic steels for use as interconnects and porous metal supports in IT-SOFCs." *Journal of Power Sources* 151, pp 103-107. 2005.
- [2] R. Nowosielski, R. Babilas, "Fe-based bulk metallic glasses prepared by centrifugal casting method." *Journal of Achievements in Materials and Manufacturing Engineering*, vol. 48, Issue 2, pp. 153-160, Oct. 2011.
- [3] A. Venskutonis, W. Glatz and G. Kunschert, "P/M Processing of ODS Cr- and FeCr-based alloys for Solid Oxide Fuel Cell Applications." in 16th Plansee seminar: powder metallurgical high performance materials, 2005, pp.534-544.
- [4] S. Darwin, S. K. Deni, H. Saryanto, H. Sulaiman, M. A. Othman, and U. Pudji. "Oxidation Resistance of Fe80Cr20 Alloys Treated by Rare Earth Element

- Ion Implantation." in AIP Conference Proceedings, vol. 1394, 2010, pp. 90-102.
- [5]. J. C. Hwan, L. H. Gyou, K. C. Joong, and S. B. Bhaduri. "Synthesis of Cu-Ni alloy powder directly from metal salts solution." *Journal of Nanoparticle Research*, vol.5, pp.383-388. 2003.
- [6]. D. J. D Silva, A. Silva, R. Machado, A. P. Paulo, Wendhause, "Processing of The Fe₃Si Alloy From Prealloyed Powder Fe₄₅Si by Injection Metal Molding." *Materials Science Forum*, vol. 591-593, pp 86-90. 2008.
- [7]. L. A. P. Maqueda, A. Duran, and J. L. P. Rodríguez, "Preparation of submicron talc particles by sonication." *Appl. Clay Sci.*, vol.28, pp. 245-255. 2005.
- [8]. P. R. Gogate, R. K. Tayal, and A. B. pandit. "Cavitation: A Technology on the horizon." *Current Science*, vol. 91, no. 1, July. 2006.
- [9]. R. Kuppa, V. S. Moholkar. "Physical features of ultrasound-enhanced heterogeneous permanganate oxidation." *Ultrason Sonochem*, vol. 17, pp. 123-131. 2010.
- [10]. H. D. Hanh, N. T. Dong, C. Starvarache, K. Okitsu, Y. Maeda, and R. Nishimura. "Methanolysis of Triolein by Low Frequency Ultrasonic Irradiation." *Energy Converse. Manage.*, vol. 49, pp. 276-280. 2008.
- [11]. M. Thirunavukkarasu and N. Kanagathara. "Ultrasonic Studies on Non-Aqueous Solutions of Carbon Tetra Chloride in Toluene." *International Journal of Chemistry Research*, vol. 2, Issue 4. 2011.
- [12]. M. Silalahi, A. Dimiyati, S. Harjanto, P. Untoro, B. Suharno. "Microalloying of FeCr by using Ultrasonic Irradiation.(dalam pengajuan ke *International Journal of Technology*).
- [13]. W. Pilarczyk, R. Nowosielski, and A. Pilarczyk. "The structural study of Ti-Si-C alloys produced by mechanical alloying method." *Archives of Materials Science and Engineering*, vol. 38, pp. 78-84. 2009.
- [14]. H. F. Sun, X. W. Li, J. Feng, W. Fang. "Characterization of TiAl-based alloy with high-content Nb by powder metallurgy," *Trans. Nonferrous Met. Soc. China*, vol. 22, pp. s491-s495. 2012.
- [15]. ICDD, Software PCPDFWIN VERSION 1.30 (C) Copyright 1997
- [16]. K. T. Jacob, S. Raj, and L. Rannesh. "Vegard's law: a fundamental relation or an approximation?" *International Journal of Materials Research*, vol. 9, pp. 776-779. 2007.
- [17]. F. Izumi. "Rietveld Analysis System RIETAN, A Software Package for the Pietan Analysis and Simulation of X-ray and Neutron Diffraction Patterns." *Rigaku J.*, vol.6, no.1, pp. 10. 1989.
- [18]. S. Suminta dan E. Kartini. "Analisis Struktur Komposit (AgI)X (AgPO₃)_{1-X} Dengan Metode Rietveld." *Jurnal Sains Materi Indonesia*, pp. 196 - 201, Oct. 2006.
- [19]. S. J. L. Kang. *Sintering Densification, Grain Growth & Microstructure*. Elsevier, 2005, pp. 39-50.
- [20]. R. Abbhaschian, L. Abbhaschian, R. E. R. Hill. *Physical Metallurgy Principles*, fourth edition. Cengage Learning, 2008, pp. 261-26.
- [21]. A. R. Annamalai, A. Upadhaya, and D. Agarwal. "Effect of heating mode on sintering of ferrous compacts through powder metallurgy route." *International Heat Treatment and Surface Engineering*, vol. 5, no. 4, pp. 155-160. 2011